



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ Patentschrift
⑯ DE 197 58 350 C 1

⑯ Int. Cl. 6:
H 01 F 1/44
B 01 F 3/12

DE 197 58 350 C 1

⑯ Aktenzeichen: 197 58 350.4-33
⑯ Anmeldetag: 22. 12. 97
⑯ Offenlegungstag: -
⑯ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 11. 3. 99

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:

Mediport Kardiotechnik GmbH, 12247 Berlin, DE

⑯ Vertreter:

Patentanwälte Gulde Hengelhaupt Ziebig, 10785
Berlin

⑯ Erfinder:

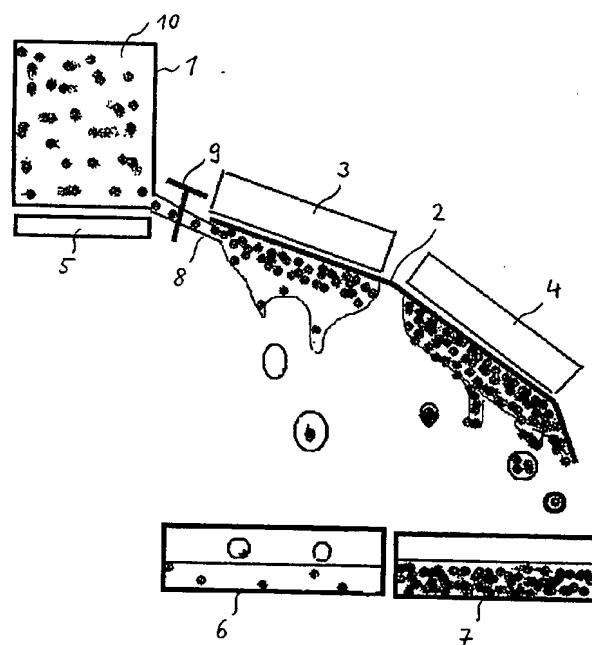
Buske, Norbert, Dr., 12437 Berlin, DE

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

DE 1 95 16 323 A1
DE 43 27 826 A1
DE 41 30 268 A1
US 42 08 294
US 39 17 538

⑯ Magnetische Flüssigkeit und Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung

⑯ Die Erfindung betrifft eine neue magnetische Flüssigkeit sowie ein Verfahren und eine Vorrichtung zu ihrer Herstellung. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine magnetische Flüssigkeit auf Basis einer polaren Trägerflüssigkeit mit hoher Sättigungsmagnetisierung, d. h. mit hoher Konzentration an Nanometerteilchen, und niedriger Viskosität anzubieten sowie ein Verfahren und eine Vorrichtung zu deren Herstellung bereitzustellen. Die Lösung der Aufgabe erfolgt mit einer magnetischen Flüssigkeit, die eine Sättigungsmagnetisierung von mindestens 30 mT und eine Viskosität bei 40°C unter 100 mPa's aufweist, wobei die Trägerflüssigkeit im wesentlichen keine gelösten Bestandteile der äußeren Adsorptionsschicht enthält, einem Verfahren zur Herstellung sowie eine Vorrichtung.



DE 197 58 350 C 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine neue magnetische Flüssigkeit sowie ein Verfahren und eine Vorrichtung zu ihrer Herstellung gemäß den Oberbegriffen der Ansprüche 1, 5 und 18.

Magnetische Flüssigkeiten sind stabile Dispersionen mit superparamagnetischen Eigenschaften. Die in dieser Dispersion als disperse Phase enthaltenen Feststoffteilchen sedimentieren weder im Erdgeschwero noch im Magnetfeld.

Magnetische Flüssigkeiten bestehen im wesentlichen aus drei Komponenten. Die disperse magnetische Komponente sind Feststoffteilchen aus ferro- oder ferrimagnetischen Materialien, die eine Größe von 3–50 nm aufweisen. Die als Nanometerteilchen vorliegende disperse Phase wird durch Tenside stabilisiert. In dem hier als Trägerflüssigkeit bezeichneten Dispersionsmittel sind die Nanometerteilchen homogen und stabil verteilt. Tensidmoleküle sind amphiphile Moleküle, die sowohl hydrophile als auch lipophile Eigenschaften besitzen. Die hydrophilen Gruppen der Tenside werden an den Teilchenoberflächen unter Bildung von monomolekularen Adsorptionsschichten chemisch fixiert. Als hydrophile, chemisch sorbierbare Moleküle eignen sich beispielsweise Carbonsäuregruppen, Sulfonatgruppen, Sulfatgruppen, Phosphatgruppen oder Phosphonat- bzw. Aminogruppen. Als Trägerflüssigkeiten sind sowohl polare als auch unpolare Lösungsmittel geeignet.

Zur Stabilisierung der Nanometerteilchen in polaren Trägerflüssigkeiten, wie zum Beispiel in Wasser, werden überwiegend zwei Adsorptionsschichten – eine innere und eine äußere – gebildet, wobei die amphiphilen Moleküle der äußeren Schicht anionische, kationische oder nicht ionische Tenside sein können und die der inneren Schicht aus anionischen Tensiden wie Fettsäuren bestehen. Insbesondere bei magnetischen Flüssigkeiten mit einer wässrigen Trägerflüssigkeit ist eine zweite äußere Adsorptionsschicht zur Stabilisierung der Nanometerteilchen notwendig.

Während die innere Adsorptionsschicht chemisch über die hydrophile Gruppe der Tenside an der Teilchenoberfläche verankert ist, wird die äußere Schicht über schwächere physikalische Wechselwirkungen zu den hydrophoben Molekülteilen der inneren Schicht adsorbiert. Damit die äußere Schicht gebildet werden kann, müssen die Tenside im Überschuss in den wässrigen Phasen vorliegen. Die oft sehr hohen Konzentrationen der Tenside der äußeren Schicht in der wässrigen Phase bewirken eine hohe Volumenviskosität und ihre starke Zunahme beim Einengen der wässrigen Phase, und beschränken entscheidend die Werte für die Sättigungsmagnetisierung.

Die Sättigungsmagnetisierung ist ein Maß für die Konzentration magnetischer Teilchen in der magnetischen Flüssigkeit.

Magnetische Flüssigkeiten auf wässriger Basis sind bekannt. Gemäß DE 195 16 323 A1 weisen sie Sättigungsmagnetisierungen bis zu 25 mT auf. Die Nanometerteilchen als magnetische Komponenten bestehen hierbei aus Maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Magnetit (Fe_3O_4) oder Mischoxiden, wie Kobalferrit oder Mangan-Zink-Ferrit. Diese magnetischen Flüssigkeiten auf Wasserbasis haben ebenfalls den Nachteil, daß sie in der wässrigen Phase eine relativ hohe Konzentration an Tensiden aufweisen. Das führt auch hier dazu, daß sie relativ hochviskos sind. Des Weiteren verhindert der hohe Tensidgehalt das Erreichen größerer Sättigungsmagnetisierungen. Schließlich können hohe Tensidgehalte ökologisch bedenklich und bei der Herstellung größerer Mengen auch ökonomisch nachteilig sein.

Weiterhin ist bekannt, daß magnetische Flüssigkeiten auf organischer Basis zur Verringerung der Tensidkonzentration im Dispersionsmittel im allgemeinen durch Umfällung

nach US 3 917 538 behandelt werden. Dabei fallen die Teilchen als Sediment aus, daß tensidhaltige Dispersionsmittel wird dekantiert und durch tensidfreies ersetzt. Nach Erwärmen werden die Teilchen unter Bildung einer Magnetflüssigkeit redispergiert. Dieses Verfahren setzt voraus, daß ein geeignetes Fällungsmittel bekannt ist, und daß das Tensid nicht durch das Fällungsmittel von den Teilchen gelöst wird.

Es ist somit ein energieverbrauchendes, relativ rauhes Verfahren. Dieses Verfahren kann nicht für Magnetflüssigkeiten angewendet werden, deren Teilchen durch eine innere und eine äußere Adsorptionsschicht stabilisiert sind. In diesem Fall löst sich gewöhnlich die nur physikalisch adsorbierte äußere Schicht von den im polaren Dispersionsmittel stabilisierten Teilchen ab.

Methoden zur Entfernung der überflüssigen Tenside der äußeren Adsorptionsschicht nach erfolgter physikalischer Adsorption sind bisher nicht bekannt.

Nach DE 41 30 268 A1 werden die Teilchen mit carboxyfunktionellen Polymeren modifiziert, wobei das Dispersionsmittel sowohl das carboxyfunktionelle Polymere als auch nicht-ionische Benetzungsmittel in hoher Konzentration enthält. Zur Herstellung werden die Magnetiteilchen in Gegenwart der carboxyfunktionellen Polymere ausgefällt, danach ein Sediment aus den modifizierten Teilchen gebildet, welches in dem Dispersionsmittel der oben genannten Zusammensetzung redispergiert wird. Die Sättigungsmagnetisierung der gebildeten Magnetflüssigkeit liegt unter 10 mT. Dazu kommt noch, daß die elektrische Leitfähigkeit mit $900 \Omega\text{/cm}$ sehr niedrig ist, und daher die Partikel bei Elektrolytzusatz ausflocken werden.

Im US 42 08 294 werden wässrige Magnetflüssigkeiten beschrieben, die durch zwei Adsorptionsschichten aus Laurinsäure und Lauraten stabilisiert sind. Auch diese Magnetflüssigkeit enthält das Laurinsäuresalz im Überschuss. Das wässrige Dispersionsmittel muß leicht alkalisch sein. Die erreichbare Sättigungsmagnetisierung liegt bei 25 mT. Negativ wirkt sich auch aus, daß die Teilchen beim Überschreiten des neutralen in den sauren pH-Bereich ausfallen.

In DE 43 27 826 A1 werden magnetische Flüssigkeiten auf wässriger Basis beschrieben, deren Magnetiteilchen durch eine innere Fettsäure und äußere Schicht aus ethoxylierten Fettalkoholen besteht. Herstellungsbedingt enthält das Dispersionsmittel einen großen Überschuss an ethoxylierten Fettsäuren, welches eine relativ hohe Viskosität der Magnetflüssigkeit und eine maximal erreichbare Sättigungsmagnetisierung von nur 25 mT bewirkt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine magnetische Flüssigkeit mit hoher Sättigungsmagnetisierung, d. h. mit hoher Konzentration an Nanometerteilchen, und niedriger Viskosität anzubieten sowie ein Verfahren und eine Vorrichtung zu deren Herstellung bereitzustellen.

Die Lösung der Aufgabe erfolgt mit den kennzeichnenden Merkmalen der Ansprüche 1, 5 und 15.

Die erfindungsgemäßen magnetischen Flüssigkeiten mit einer wässrigen Trägerflüssigkeit weisen bisher nicht bekannte Sättigungsmagnetisierungen zwischen 30 und 100 mT auf und die Viskosität liegt unter $100 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ bei 40°C . Aufgrund des hohen Gehaltes an Nanometerteilchen, die zu den hohen Sättigungsmagnetisierungen der erfindungsgemäßen magnetischen Flüssigkeiten führen, verbunden mit einer relativ niedrigen Viskosität, eignen sich diese Flüssigkeiten insbesondere als Betriebsmittel in medizinischen Pumpen, in der Sensorik sowie für magnetohydrostatische Stofftrennungen.

Dadurch, daß der in der Trägerflüssigkeit im wesentlichen keine Tenside mehr enthalten sind, ergeben sich sowohl ökologische als auch ökonomische Vorteile.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen magnetischen

Flüssigkeiten mit hoher Sättigungsmagnetisierung erfolgt mit dem erfindungsgemäßen Verfahren und der Vorrichtung. Überraschenderweise wurde festgestellt, daß durch Einwirkung äußerer Magnetfelder, verbunden mit Maßnahmen zur Verringerung der Löslichkeit der Tenside in der Trägerflüssigkeit, auf die an sich bekannten magnetischen Flüssigkeiten mit relativ niedriger Sättigungsmagnetisierung und hohen Konzentrationen an Tensiden in der wäßrigen Trägerflüssigkeit eine Abtrennung der Tenside erreicht werden kann. Beispielsweise ist die Abtrennung dadurch möglich, daß die an sich bekannten wäßrigen magnetischen Flüssigkeiten, die durch eine innere und äußere Adsorptionsschicht auf den Nanometerteilchen stabilisiert sind, auf etwa 30–95°C erwärmt werden. Das führt zu einer Verringerung der Löslichkeit der in der Trägerflüssigkeit befindlichen Tenside. Die erwärmte magnetische Flüssigkeit wird dann einem äußeren Magnetfeld ausgesetzt, so daß ein starkes inhomogenes Magnetfeld, ein Magnetfeldgradient, in der wäßrigen magnetischen Flüssigkeit erzeugt wird. Das kann zum Beispiel dadurch realisiert werden, daß ein Permanentmagnet aus seltenen Erden, die an ihrer Oberfläche Sättigungsmagnetisierungswerte bis zu 0,5 T aufweisen, an der Gefäßwand eines Gefäßes erwärmt wäßrige magnetische Flüssigkeit fixiert. Nach einer Einwirkungsdauer des Magnetfeldes von etwa 15–120 Minuten werden vorrangig die Tenside, aus denen die zweite äußere Adsorptionsschicht besteht und die in hoher Konzentration in der wäßrigen Trägerflüssigkeit gelöst vorliegen, unter Mitnahme eines Teiles der wäßrigen Trägerflüssigkeit von den magnetischen Nanometerteilchen abgetrennt und an die Oberfläche gedrängt, von der sie abfließen können. Übrig bleibt eine konzentriertere magnetische Flüssigkeit. Durch weiteres Wiederholen dieser Verfahrensweise kann die Konzentration an Nanometerteilchen stufenweise erhöht werden, so daß Sättigungsmagnetisierungen von 70 mT erreichbar sind. Infolge der weitgehend von den Tensiden befreiten Trägerflüssigkeit werden erstaunlich niedrige Viskositäten der auf konzentrierten magnetischen Flüssigkeiten erreicht, die zwischen 5 und 30 mPa · s bei 27°C betragen.

Diese niedrigen Viskositäten der magnetischen Flüssigkeit sind die Voraussetzung für ein weiteres Aufkonzentrieren durch Entziehung der wäßrigen Trägerflüssigkeit, zum Beispiel durch Verdampfen im Rotationsverdampfer. Auf diese Art und Weise wurden Sättigungsmagnetisierungswerte von 80 mT bei einer Viskosität bei 27°C von nur 70 mPa · s erreicht. Durch weiteren Wasserentzug wurden Sättigungsmagnetisierungswerte bis zu 100 mT erreicht. Bei diesen sehr hohen Sättigungsmagnetisierungswerten steigen naturgemäß die Viskositäten wieder stark an. Dieses Verfahren ist anwendbar sowohl bei polaren als auch unmolaren Trägerflüssigkeiten.

Ein weiterer Vorteil dieses Konzentrationsverfahrens besteht darin, daß das gelöste Tensid aus der Trägerflüssigkeit, das gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren von den Nanometerteilchen abgetrennt würde, durch Eindampfen wieder gewonnen und somit noch einmal bei der Herstellung einer wäßrigen magnetischen Flüssigkeit eingesetzt werden kann.

Weitere Maßnahmen zur Löslichkeitsverminderung der Tenside in der Trägerflüssigkeit sind erfindungsgemäß

- Zusatz pH-Wert ändernder Mittel
- Konzentrationsänderung der Tenside durch Entzug der Trägerflüssigkeit
- Zusatz von löslichkeitsvermindernden Lösungsmitteln und/oder Feststoffen wie Salze und wasserlösliche Polymere
- Zusatz von Stoffen, die mit den Tensidmolekülen

Aggregate bilden.

Ausführungsbeispiele der Erfindung werden im folgenden an Hand der Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen 5 Fig. 1 eine Vorrichtung zur quasi kontinuierlichen Abtrennung und

Fig. 2 eine Vorrichtung zur diskontinuierlichen Abtrennung.

Gemäß Fig. 1 befindet sich in einem Behälter 1 eine zu 10 konzentrierende magnetische Flüssigkeit 10. Unterhalb des Behälters 1 ist eine Heizeinrichtung 5 angeordnet. Eine Zuleitung 8 führt vom Boden des Behälters 1 zu Trennflächen 2. Die Zuleitung 8 ist über ein Absperrventil 9 zu verschließen und zu öffnen. Oberhalb der Trennfläche 2 sind in ihrer 15 unmittelbaren Nähe nacheinander zwei starke Magneten 3 und 4 angeordnet. Über den Anstellwinkel der Trennfläche 2 ist die Trennwirkung optimierbar. Unterhalb der Trennfläche 2 sind eine Magnetwanne 7 und eine Tensidwanne 6 angeordnet. Durch Einschalten der Heizeinrichtung 5 wird die Temperatur der magnetischen Flüssigkeit 10 auf etwa 60°C erhöht. Dadurch verringert sich die Löslichkeit der Tenside in der Trägerflüssigkeit der magnetischen Flüssigkeit 10 drastisch. Nach Öffnen des Absperrventiles 9 fließt die magnetische Flüssigkeit 10 über die Zuleitung 8 an die Unterfläche der Trennfläche 2. Aufgrund des vorhandenen Magnetfeldgradienten, der durch den Magneten 3 erzeugt wird, bildet sich eine bauchartige Ansammlung der magnetischen Flüssigkeit 10 an der Trennfläche 10. Nach einer Einwirkzeit von etwa 10 min lösen sich die ersten mit Trägerflüssigkeit angereicherten Tensidtröpfchen und fallen in die Tensidwanne 6. Nach dem Abschalten des Magneten 3 und gleichzeitigen Anschalten des Magneten 4 wird die Magnetflüssigkeit 10 auf die Trennfläche unterhalb des Magneten 4 gezogen. Hier erfolgt eine weitere Abtrennung von Tensiden. Die übrigbleibende hochkonzentrierte magnetische Flüssigkeit 10 wird dann anschließend nach Abschalten des Magneten 4 in der Magnetwanne 7 gesammelt.

In Fig. 2 ist eine Vorrichtung für eine diskontinuierliche Abtrennung von Tensiden aus der Trägerflüssigkeit in verschiedenen Verfahrensstufen dargestellt.

Gemäß a wird im ersten Schritt die magnetische Flüssigkeit 10 mittels der Heizeinrichtung 5 erwärmt.

Gemäß b wird nach Einschalten des Magneten 3 die magnetische Flüssigkeit, d. h. die anwesenden Nanometerteilchen an der Trennfläche 2 angesammelt.

Gemäß c ist der Konzentrationsprozeß an der Trennfläche 2 abgeschlossen und die konzentrierten Teilchen können nach unten abgezogen werden. Die nach unten abgezogene konzentrierte magnetische Flüssigkeit kann dann anschließend erneut in den Behälter 1 eingeführt werden und ein weiterer Trennungsprozeß kann folgen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird an Hand der folgenden Beispiele näher erläutert.

Beispiel 1

Eine 15 mT-Magnetflüssigkeit auf wäßrige Basis, die aus Magnetiteilchen besteht, welche mit einer am Teilchen verankerten Schicht aus Laurinsäure und einer zweiten nicht ionischen Schicht aus ethoxylierten Alkoholen mit Ethoxygruppen besticht, wird folgendermaßen aufkonzentriert: 60 100 ml der Magnetflüssigkeit wird in einem feuerfesten Gefäß auf 80°C erwärmt. Anschließend wird ein Seiten-Erden Dauermagnet, der an seiner Oberfläche eine Sättigungsmagnetisierung von 0,3 T hat, außen an der Wand des Gefäßes angebracht, so daß die Magnetflüssigkeit an der Gegenseite des Magneten festgehalten wird. Nach einigen Minuten beginnt die Abtrennung einer unmagnetischen viskosen Lö-

sung aus der Magnetflüssigkeit. Die mit der Zeit konzentrierter Magnetflüssigkeit bildet nach einiger Zeit die typischen Spalten aus und wird immer fester an den Magneten fixiert. Der Abscheidungsprozeß kann dadurch unterstützt werden, daß man die Magnetflüssigkeit entweder durch Bewegen des Magneten oder durch mechanisches Vermischen der Magnetflüssigkeit in Bewegung hält bzw. die Magnetflüssigkeit noch einmal auf 80–90°C erwärmt. Das Endprodukt hat eine Sättigungsmagnetisierung von 50 mT und eine kinematische Viskosität bei 27°C von 5 mPa · s.

Durch Abdampfen der wäßrigen Phase konnte der Ms-Wert auf 80 mT gesteigert werden, wobei sich die Viskosität der Magnetflüssigkeit auf nur 70 mPa · s erhöhte. Weiteres Abdampfen ergab eine sehr zähflüssige Magnet-Dispersion mit einem Ms-Wert von 100 mT.

Beispiel 2

Eine 10 mT-Magnetflüssigkeit auf wäßriger Basis, die Magnetiteilchen enthält, welche mit einer am Teilchen verankerten Schicht aus Ölsäure und einer zweiten nichtionischen Schicht aus Sorbitanmonooleat besteht, wird folgendermaßen behandelt: Die Magnetflüssigkeit wird in einem Behältnis auf 90°C erhitzt. Nachfolgend wird ein Selen-Erden Dauermagnet, der mit einer Folic umhüllt ist, direkt in die Magnetflüssigkeit hineingegeben. Die Magnetflüssigkeit, die an dem Magneten hängen bleibt, wird in ein neues Gefäß gebracht, wo die Abtrennung durchgeführt wird. Das Endprodukt erreicht einen Ms-Wert von 50 mT bei einer Viskosität bei 27°C von 10 mPa · s.

Beispiel 3

Eine 20 mT-Magnetflüssigkeit auf wäßriger Basis, die Kobalferriteilchen als magnetische Komponente enthält, aber ansonsten aus den im Beispiel genannten Tensidschichten besteht, wird folgendermaßen halbkontinuierlicher Prozeß durchgeführt: Die Magnetflüssigkeit wird zuerst auf 80°C erwärmt. Ein starker Elektromagnet wird an einer Glasscheibe oder einem Kunststoffbrett angebracht und leicht schräg aufgestellt. Dann wird die erwärmte Magnetflüssigkeit über einen schlauchartige Zuführung an die Unterseite der Scheibe oder des Brettes gebracht. Der Abscheidungsprozeß setzt ein, wobei die Tensidlösung aus der Magnetflüssigkeit auf den Boden tropft. Magnetflüssigkeit wird kontinuierlich zum Magneten geleitet, bis die konzentrierte Magnetflüssigkeit in einer so großen Menge angehäuft ist, daß ein Teil davon ebenfalls vom Magneten abzufließen droht.

Nun wird langsam das Magnetfeld des Elektromagneten abgesenkt, so daß die konzentrierte Magnetflüssigkeit in eine Auffangeinrichtung separat abfließen kann. Danach beginnt der Prozeß von vorn mit dem Einschalten des Magneten und der Zuführung der Magnetflüssigkeit. Ein Endprodukt mit einem Ms-Wert von 60 mT und einer Viskosität bei 27°C von 20 mPa · s konnte hergestellt werden.

Beispiel 4

Eine 20 mT-Magnetflüssigkeit auf wäßriger Basis mit Magnetiteilchen, die mit einer Bischicht aus Laurinsäure im alkalischen Milieu stabilisiert ist, wird durch Zugabe von verdünnter Salzsäure auf einen pH-Wert um 7 gebracht, bei dem die Magnetflüssigkeit leicht instabil wird. Diese wird auf 80°C erwärmt und wie im Beispiel 2 weiterbehandelt. Das Endprodukt wird mittel konz. Ammoniumchloridlösung auf einem pH-Wert > 8 gebracht, wobei die Teilchen redispersiert werden. Das Endprodukt hat einen Ms-Wert von

60 mT bei einer Viskosität von 5 mPa · s.

Beispiel 5

5 Ausgangsmagnetflüssigkeit ist eine alkalisch eingestellte wäßrige Magnetit-Magnetflüssigkeit, in der die Teilchen durch eine innere Adsorptionsschicht aus Laurinsäure und eine äußere Adsorptionsschicht aus dem Ammoniumsalz der Laurinsäure gemäß US P 42 08 294 stabilisiert ist und deren Sättigungsmagnetisierung 15 mT beträgt.

Die in der wäßrigen Trägerflüssigkeit gelösten Tenside werden durch langsame Zugabe von Ethanol und verdünnter Salzsäurelösung zur Bildung von Tensidaggregaten gebracht, ohne daß die Magnetflüssigkeit zerstört wird. Darauf folgt die Abtrennung eines Teils des Dispersionsmedium und der darin enthaltenen Tenside im Magnetfeldgradienten. Anschließend wird zur konzentrierten Magnetflüssigkeit durch Zugabe von Ammoniumhydroxid wieder ein alkalischer pH-Wert eingestellt. Die Sättigungsmagnetisierung der konzentrierten Magnetflüssigkeit beträgt 80 mT bei einer Viskosität bei Zimmertemperatur von 100 mPa · s.

Beispiel 6

25 Eine Magnetit-Magnetflüssigkeit auf Basis von Petroleum, stabilisiert mit einer Monoschicht aus Ölsäure und einer Sättigungsmagnetisierung von 30 mT wird als Ausgangs-Magnetflüssigkeit benutzt. Die Petroleum enthaltene Ölsäure wird durch Zugabe von Ethanol im Verhältnis 1 : 2 30 kondensiert. Nach Einwirkung eines äußeren Magnetfeldes wird die Sättigungsmagnetisierung auf 100 mT erhöht, wobei die Viskosität 20 mPa · s bei 27°C beträgt.

Bezugszeichenliste

35 **1** Behälter
2 Trennfläche
3 Magnet
4 Magnet
40 **5** Heizeinrichtung
6 Tensidwanne
7 Magnetwanne
8 Zuleitung
9 Absperrventil
45 **10** magnetische Flüssigkeit

Patentansprüche

1. Magnetische Flüssigkeit, bestehend aus einer polaren Trägerflüssigkeit und magnetischen Nanometerteilchen, die durch zwei monomolekulare Adsorptionsschichten stabilisiert sind, dadurch gekennzeichnet, daß die magnetische Flüssigkeit eine Sättigungsmagnetisierung von mindestens 30 mT und eine Viskosität bei 40°C unter 100 mPa · s aufweist, wobei die Trägerflüssigkeit im wesentlichen keine gelösten Bestandteile der äußeren Adsorptionsschicht enthält.
2. Magnetische Flüssigkeit nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die polare Trägerflüssigkeit Wasser und/oder mit Wasser mischbare Flüssigkeiten wie Glykole oder Formamide ist.
3. Magnetische Flüssigkeit nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die magnetischen Nanometerteilchen eine Größe von 3–50 nm aufweisen.
4. Magnetische Flüssigkeit nach einem der Ansprüche 1–3, dadurch gekennzeichnet, daß die Sättigungsmagnetisierung 30–100 mT beträgt.
5. Verfahren zur Herstellung hochkonzentrierter ma-

gnetischer Flüssigkeiten auf der Basis unpolarer und polarer Trägerflüssigkeiten und magnetischer Nanometerteilchen, die mit einer oder zwei Adsorptionsschichten aus Tensiden stabilisiert sind, nach Anspruch 1 bis 4 dadurch gekennzeichnet, daß eine magnetische Flüssigkeit mit polarer oder unpolarer tensidhaltiger Trägerflüssigkeit nach Zufuhr bzw. Zugabe von die Lösbarkeit der Tenside verringende Mittel einem äußeren Magnetfeld ausgesetzt wird und daß nach einer Einwirkzeit die sich in der Trägerflüssigkeit abscheidenen 10 Tenside von den Nanometerteilchen abgetrennt werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein äußeres Magnetfeld mit einer Mindeststärke von 0,2 T zur Einwirkung gebracht wird. 15

7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die zu konzentrierende magnetische Flüssigkeit vor Einwirkung des Magnetfeldes auf mindestens 30°C erwärmt wird, bevor sie dem Magnetfeld ausgesetzt wird. 20

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die magnetische Flüssigkeit auf 30–95°C insbesondere auf 60–80°C erwärmt wird. 25

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß den pH-Wert verändernde Mittel wie Säure, Basen oder Salze zugesetzt werden. 25

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß löslichkeitsvermindernde Lösungsmittel und/oder Feststoffe wie weitere Tenside, Salze und/oder wasserlösliche Polymere zugesetzt werden. 30

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß nur die Trägerflüssigkeit aufnehmende Mittel zugesetzt werden.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die magnetische Flüssigkeit mindestens fünf Minuten dem Magnetfeld ausgesetzt wird. 35

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß magnetische Flüssigkeit einem äußeren Magnetfeld 0,1–1,5 T ausgesetzt wird. 40

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die magnetische Flüssigkeit mehreren Magnetfeldern mit ansteigender Stärke ausgesetzt wird. 45

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die abgetrennte Trägerflüssigkeit wieder verwendet wird.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß magnetische Flüssigkeiten mit polaren Trägerflüssigkeiten wie Wasser und/oder mit Wasser mischbare Flüssigkeiten Glykole oder Formamide eingesetzt werden. 50

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß magnetische Flüssigkeiten mit unpolaren Trägerflüssigkeiten eingesetzt werden. 55

18. Vorrichtung zur Herstellung von hochkonzentrierten magnetischen Flüssigkeiten auf der Basis von polaren Trägerflüssigkeiten und magnetischen Nanometerteilchen mit zwei monomolekularen Adsorptionschichten, nach Anspruch 1 bis 17, welcher aufweist 60

- eine Behälter (1) für magnetische Flüssigkeiten,
- Trennflächen (2) und
- Magnetfeldgradientenerzeuger (3),

wobei die Magnetfeldgradientenerzeuger (3) an den Trennflächen (2) angeordnet sind. 65

19. Vorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekenn-

zeichnet, daß der Behälter (1) für die magnetischen Flüssigkeiten eine Heizeinrichtung (9) aufweist.

20. Vorrichtung nach Anspruch 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Magnetfeldgradientenerzeuger (3) in Schwerkraftrichtung ausgerichtet sind.

21. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 18 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Magnetfeldgradientenerzeuger (3) mit steigender magnetischer Stärke nacheinander.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

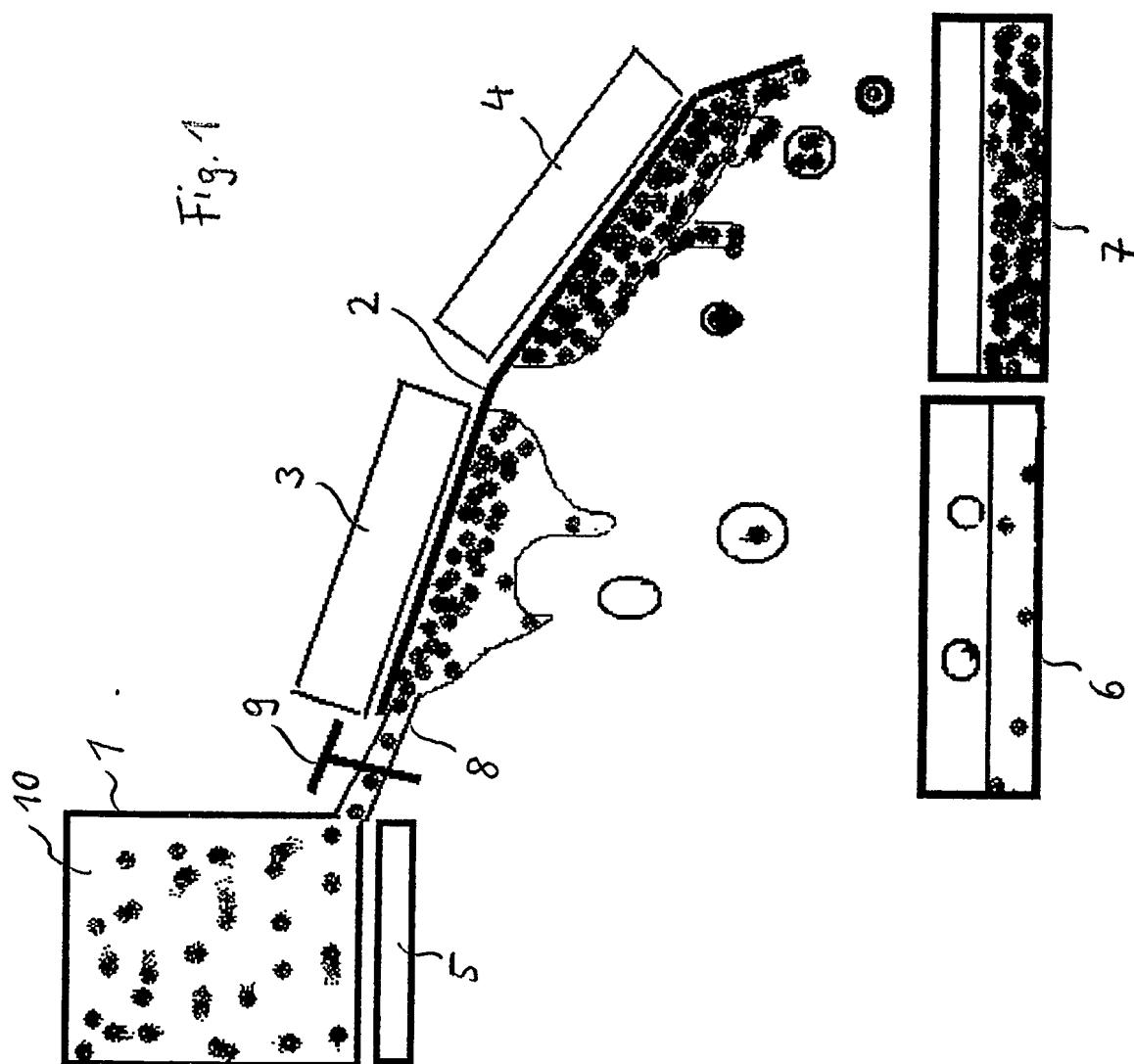


Fig. 2

